



Nafn: \_\_\_\_\_

Kennitala: \_\_\_\_\_

Tölvupóstfang: \_\_\_\_\_

Skóli: \_\_\_\_\_

---

## **Almennar leiðbeiningar**

Hafið öryggisgleraugun alltaf á ykkur á meðan þið eruð inni í stofunni.

Klæðist hvítum hlífðarsloppum.

Sjúgið aldrei upp í pípetturnar með munninum heldur notið aðeins gúmmíbelgina.

Hikið ekki við að spyrja eftirlitsmenn um öryggisatriði.

Þið megið spyrja eftirlitsmenn um einfaldar aðgerðir og tæknileg vandamál og einnig hvar sameiginleg áhöld og lausnir eru.

Þið megið nota reiknivélar og notið helst penna.

Þið fáiið 30 mínútur til að lesa verkefnið yfir og 3 klst. og 15 mínútur til að vinna verklega hlutann.

Verkefnið verður afhent kl. 10:15 en verklegi hlutinn hefst kl. 10:45 og lýkur kl. 14:00.

Verklega keppnin er í tveimur hlutum og verður að ljúka framkvæmd tilrauna í fyrri hluta áður en byrjað er á seinni hluta.

Þið megið fresta útreikningum þar til öllum tilraunum er lokið.

Þið verðið að hætta öllum framkvæmdum og mælingum um leið og tilkynnt hefur verið að verklega hlutanum sé lokið. Eftir þrjár mínútur safna eftirlitsmenn verkefnunum saman.

Í niðurstöðum mælinga og útreikninga verður fjöldi marktækra stafa að vera í samræmi við nákvæmni mælingarinnar. Refsistig verða gefin ef svo er ekki gert.

Lotukerfið er á öftustu síðu.

## Öryggis- og varúðarráðstafanir

Ykkur hefur verið kynnt notkun augnskolunarbrúsa, neyðarsturtu, eldteppis og slökkvitækis. Rifjið upp hvar þessi útbúnaður er þegar þið komið inn í verklegu stofuna.

Ekkert efnanna sem hér eru notuð er mjög hættulegt eða skaðvænlegt. Ef þið óskið eftir, getið þið fengið einnota latex gúmmíhanska. Varið ykkur samt á að blaut glervara er mjög hál þegar þið eruð með gúmmíhanska.

Ef þið brjótið glervöru, þurfið þið að sópa glerbrotunum saman og setja í fötu fyrir brotna glervöru.

Ef þið hellið niður lausnum, þurfið þið að þrifa þær upp með blautum klút eða pappír.

## Almenn atriði varðandi verkefni

- Keppninni er skipt í tvo hluta. Í fyrri hlutanum á að magngreina askorbínsýru með því að títra hana með staðlaðri jöðatlausn. Í seinni hlutanum á að greina anjónir í óþekktu sýni.
- Allar lausnir eru tilbúnar og eru merktar á vinnuborði hvers og eins.
- Munið að skola pípettur og búrettu a.m.k. einu sinni með fáeinum millilítrum af lausninni sem ætlunin er að nota. Ef leifar annarrar lausnar eru í pípettu eða búrettu skal skola þær fyrst burt með afjónuðu vatni.
- Notið ávallt afjónað vatn til að skola og þynna lausnir. Sprautuflaska með afjónuðu vatni er á vinnuborði.
- Fjarlægið hlífðarhimmuna af búrettunni. Búrettan hefur verið skoluð með afjónuðu vatni.

**Listi yfir áhöld og efni á vinnuborði:****Verkefni 1. Títrun á askorbínsýru með kalíumjodati***Efni:*

Óþekkt askorbínsýrulausn  
 Stöðluð  $\text{KIO}_3$  lausn  
 2 M HCl  
 sterkja

**Verkefni 2. Anjónagreining***Efni:*

Óþekkt sýni (2 g)  
 $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (2g)  
 ammóníumasetat (s)  
 5 % ediksýra  
 25 %  $\text{NH}_3$   
 1 M  $\text{BaCl}_2$   
 2 %  $\text{Ba}(\text{OH})_2$   
 1 M  $\text{CaCl}_2$   
 2 M HCl  
 0,25 %  $\text{FeSO}_4$  (í 4,5 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ )  
 2 M  $\text{HNO}_3$   
 0,02 M  $\text{KMnO}_4$   
 0,1 M  $\text{AgNO}_3$   
 $\text{H}_2\text{SO}_4$  (megn)  
 2 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$

**Áhöld fyrir bæði verkefni**

Vatnslás með gúmmítappa  
 100 mL bikarglas  
 2 glerstafir  
 spatúla  
 5 mL kvörðuð pípetta  
 10 tilraunaglös í statívi  
 sogbelgur  
 vatnssprautuflaska  
 pH-pappír.  
 50 mL buretta  
 25 mL belgpípetta  
 10 mL belgpípetta  
 3 keilufloöskur, 250 mL  
 250 mL mæliflaska  
 25 mL mæliglas  
 Pasteur pípetta með túttu  
 öryggisgleraugu

**Förgun afgangslausna:**

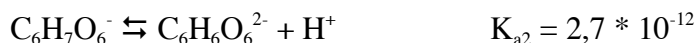
Öllum afgangslausnum má skola niður í vaskana með rennandi köldu vatni.

## Verkefni 1. Títrun askorbínsýru með kalíumjodati

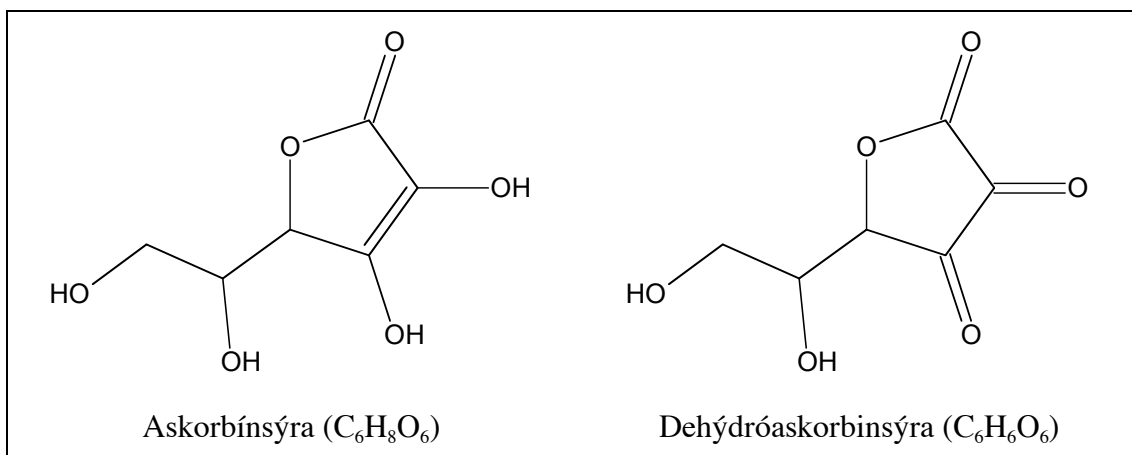
Askorbínsýra er títruð með þekktri lausn af kalíumjodati í 2M HCl lausn. Sterkja verður notuð sem efnaviti.

### Inngangur

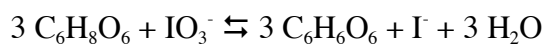
Askorbínsýra (C-vítamín,  $C_6H_8O_6$ ) er veik sýra eins og lýst er hér að neðan:



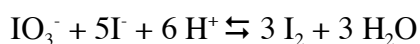
Askorbínsýra er einnig auðveldlega oxuð í dehydróaskorbínsýru samkvæmt eftirfarandi hálfhvarfi:



Kalíumjodát ( $KIO_3$ ) er algengur títrant sem notaður er við oxunar-afoxunartítranir. Ef kalíumjodát er látið hvarfast við askorbínsýru og hvarfið er framkvæmt í 2M HCl lausn þá verður eftirfarandi efnahvarf:



Lok títrunar greinast við fyrsta yfirmagn af jodati, sem hvarfast þá við jodíð jónirnar í lausninni og mynda jod,  $I_2$ , sem aftur myndar bláan lit þegar það binst sterkju.



**Lausnir**

1. Lausn með þekktum styrk af kalíumjodati. Skrifið hjá ykkur styrkinn hér:

Mólstyrkur $\text{KIO}_3$ =	M
-----------------------------	---

2. Askorbínsýra, óþekkt lausn
3. 2M HCl lausn
4. Sterkja

**Framkvæmd****Undirbúningur**

Skolið búrettuna a.m.k. þrisvar með afjónuðu vatni. Skolið hana svo tvisvar með kalíumjodát lausninni. Fyllið búrettuna af kalíumjodát lausninni og skráið upphafsgildið ( $V_{\text{upphafs}}$ ) í töflu 1 á úrlausnarblaði 1.

**Títrun**

Mælið 10,00 mL af óþekktu askorbínsýrulausninni og setjið í 250 mL mæliflösku. Þynnið upp að marki og blandið vel. Takið 25,00 mL af þynntu lausninni og setjið í 250 mL keilufloösku. Mælið 25 mL af HCl lausninni (mælið þá í kvörðuðu mæliglasi), bætið þeim út í keilufloöskuna og blandið vel. Bætið því næst 40 dropum af sterkjulausninni út í keilufloöskuna og títrið síðan með kalíumjodátinu þar til lausnin verður blá. Lesið lokarúmmál af búrettuni ( $V_{\text{loka}}$ ) og skráið í töflu 1 á úrlausnarblaði 1.

Endurtakið títrunina eins og þurfa þykir.

Svarið loks spurningunum sem eru á úrlausnarblaði 2.

## Úrlausnarblað 1

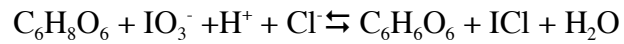
**Tafla 1. Askorbínsýra títruð með kalíumjodati**

Títrun nr.	$V_{\text{upphafs}}$ mL	$V_{\text{loka}}$ mL	$V \text{ KIO}_3$ mL
Loka niðurstaða			

Styrkur $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ í óþekktu lausninni í mg/mL	
--	--

**Úrlausnarblað 2****Spurningar:**

1. Ef titrunin væri framkvæmd í 5M HCl lausn þá yrði efnahvarfið sem hér segir:



Ritið stillta efnajöfnu fyrir þetta hvarf:

2. Ef  $V_1$  er það rúmmál  $\text{KIO}_3$  lausnarinnar sem þarf til að títra 25.00 mL af askorbínsýrunni í 2M HCl lausn og  $V_2$  er það rúmmál sem þyrfti í 5M HCl lausn, hvert væri þá sambandið á milli rúmmálanna (dragið hring um rétt svar):

- a.  $V_2 = (3/2) V_1$
- b.  $V_2 = (2/3) V_1$
- c.  $V_2 = V_1$
- d. Ekkert af þessu

## Verkefni 2. Þáttbundin greining á nokkrum anjónum

### Inngangur

Auk **magnbundinnar** (e. quantitative) greiningar á efnasamböndum, er **þáttbundin** (e. qualitative) greining á óþekktum efnum eða efnablöndum með það að markmiði að greina katjónir og/eða anjónir einnig mikilvægur hluti af efnagreiningu.

Katjónir þarf að greina í sundur áður en borið er kennsl á þær en það á ekki við um anjónirnar. Í þessari æfingu eru anjónir óþekkts sýnis greindar. Sumar anjónirnar er hægt að bera kennsl á með beinni greiningu á fasta efninu en sumar er aðeins hægt að greina með útfellingu úr basískri lausn.

**Athugið:** Í sumum tilfellum eigið þið að gera fleiri en eina prófun fyrir tiltekna anjón. Það þarf að gera vegna þess að fleiri en ein anjón geta gefið jákvæða svörun við tiltekinni prófun. Ef allar prófanir fyrir tiltekna anjón eru jákvæðar, þá er anjónin til staðar í óþekkta sýninu, en ef ein prófun er neikvæð þá er anjónin ekki hluti af óþekkta sýninu.

### Mögulegar anjónir:

carbónat $\text{CO}_3^{2-}$	nítrat $\text{NO}_3^-$
klóríð $\text{Cl}^-$	oxalat $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$
krómat $\text{CrO}_4^{2-}$	súlfat $\text{SO}_4^{2-}$

### Basísk lausn

Um 1 g af óþekkta sýninu er blandað við 1 g af natríumkarbónati og leyst í u.þ.b. 50 mL af afjónuðu vatni í bikarglasi. Notið glerstaf til að hræra í glasinu þar til allt fast efni er orðið uppleyst. Lausnin er notuð áfram í anjónagreininguna og eftirleiðis vísað til hennar sem “basískrar lausnar”.

### Greining á anjónum:

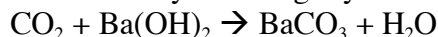
#### Karbónat:

##### Almennt:

Karbónat anjónir hvarfast við þynntra saltsýru og mynda óstöðuga kolsýru sem brotnar niður í vatn og koldíoxíð:



Koldíoxíð hvarfast við baríumhydroxíð og myndar baríumkarbónat:



##### Framkvæmd:

Skammti (0,5 – 1 g) af óþekkta sýninu er komið í tilraunaglas og 2 mL af vatni bætt ofan á. Komið nú gúmmítappanum fyrir á glasinu, setjið vatnslásinn ofan á og fyllið hann til hálfis með baríumhydroxíði. Takið nú vatnslásinn aftur af, bætið 2 mL af þynntri saltsýru í gegnum gatið á tappanum. Vatnslásinn er nú strax settur aftur á tappann og þess gætt að hann sitji þétt á glasinu.

Tilraunaglasíð er nú hrist varlega til að blanda saman vatni og saltsýru í glasinu og það síðan hitað varlega (heitt kranavatn í 250 mL keilufloösku). Ef sýnið inniheldur karbónat anjónir, myndast nú loftbólur sem streyma í gegnum baríumhydroxíð lausnina. Hvítar flögur af baríumkarbónati myndast þá í lausninni í vatnslásnum innan 3-5 mínútna.

**Klóríð**Almennt:

Klóríð anjónir í saltpétursýrulausn hvarfast við silfurnítrat og mynda silfurklóríð:



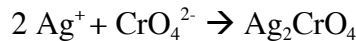
Silfurklóríð er leysanlegt í ammóníaklausn. Það er óleysanlegt í saltpétursýru.

Framkvæmd:

Silfurnítrat vatnslausn er bætt við 5 ml af basísku lausninni sem hefur verið sýrð með þynntri saltpétursýru. Ef klóríð anjónir eru til staðar, fellur strax út hvítt flyksukennt silfurklóríð. AgCl botnfall er leyst aftur upp með því að bæta út í 25% NH<sub>3</sub> lausn.

**Krómat**Almennt:

Krómat anjónir hvarfast við silfurnítrat í hlutlausri eða þynntri saltpétursýrulausn og mynda silfurkrómat:



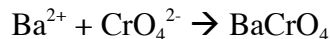
Silfurkrómat er leysanlegt í mjög súrri lausn og í ammóníaklausn.

Framkvæmd:

Silfurnítrat vatnslausn er látin dropa ofan á 5 ml af óþekktu basísku lausninni sem hefur verið sýrð með þynntri saltpétursýru. Ef krómat anjónir eru til staðar, myndast rauðbrúnt silfurkrómat efst í glasinu.

Almennt:

Krómat anjónir hvarfast við baríumklóríð í ediksýru / ammóníumasetat lausn og myndar baríumkrómat:



Baríumkrómat er leysanlegt í sterkum ólífrænum sýrum.

Framkvæmd:

Spaðafylli af ammóníumasetati er bætt við 5 ml af óþekktu basísku lausninni sem hefur verið sýrð með þynntri saltpétursýru. Baríumklóríðlausn er bætt við. Ef krómat anjónir eru til staðar, fellur út gult baríumkrómat. Látið lausnina standa og botnfallið setjast til meðan prófað er fyrir næstu anjónir. Hellið þá vökvanum ofan af og athugið hvort botnfallið leysist í HCl eða HNO<sub>3</sub>.

**Nítrat**Almennt:

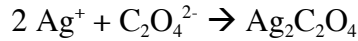
Járn(II)súlfat afoxar nítrat anjónir í niturmónoxíð (NO) í lausnum sem sýrðar hafa verið með brennisteinssýru. Niturmónoxíð hvarfast við járn(II) katjónir og myndar brúnt nítrósyl komplex [Fe(NO)(H<sub>2</sub>O)<sub>5</sub>]<sup>2+</sup>.

Framkvæmd:

2,5 ml af brennisteinssúrri járn(II)súlfatlausn er bætt út í 2,5 ml af óþekktu basísku lausninni ásamt 5 mL af vatni og hrært í með glerstaf. Tilraunaglasinu er svo hallað og megnri brennisteinssýru (0,5 – 1 mL) hellt varlega niður með hlið þess. Ef nítrat anjónir eru til staðar myndast brúnleitur hringur á fasaskilunum milli lausnarinnar og megnu brennisteinssýrunnar á botni glassins. Látið glasið standa kyrrt í grindinni í nokkrar mínútur til viðbótar, ef þið eruð ekki viss um hvort svörnin sé jákvæð eða neikvæð.

**Oxalat**Almennt:

Í hlutlausum lausnum, hvarfast oxalat anjónir við silfurnítrat og mynda silfuroxalat:



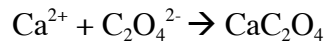
Silfuroxalat er illa leysanlegt í ediksýru. Það er leysanlegt í saltpétursýru og ammóníak lausn.

Framkvæmd:

Silfurnítratlausn er bætt við 5 ml af óþekktu basísku lausninni sem hlutleyst hefur verið með ediksýru. Í viðurvist oxalat anjóna falla út hvítir silfuroxalat kristallar.

Almennt:

Oxalat anjónir hvarfast við kalsíumklóríð í lausn sem er dauf basísk af ammoníaki eða ediksýru/natríum asetat stuðpúða (buffer) og myndar kalsíumoxalat:



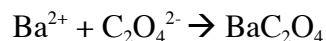
Kalsíumoxalat er óleysanlegt í þynntri ediksýru. Það er leysanlegt í sterkum ólífrænum sýrum. Kalíumpermanganat oxar kalsíumoxalat í koldíoxíð í súrri lausn. Í þessu hvarfi er mangan(VII) afoxað í mangan(II).

Framkvæmd:

5 ml af óþekktu lausninni eru gerðir súrir með ediksýru. Ammóníak lausn er bætt við þangað til blandan er lítið eitt basísk og kalsíumklóríð lausn bætt við. Í viðurvist oxalat anjóna, fellur út hvítt kalsíumoxalat. Látið botnfallið setjast til og hellið vökvanum ofan af. Botnfallið er síðan leyst upp í brennisteinssýru. Kalíumpermanganat lausn er bætt úti í dropatali. Kalíumpermanganat lausnin aflitast snögglega og gas myndast.

Almennt:

Í hlutlausri lausn hvarfast oxalat anjónir við baríumklóríð og mynda baríumoxalat.



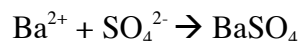
Baríumoxalat leysist í þynntri ediksýru.

Framkvæmd:

Baríumklóríð lausn er bætt við 5 ml af óþekktu lausninni sem hefur verið hlutleyst með þynntri saltsýru. Í viðurvist oxalat anjóna, fellur út hvítt baríumoxalat.

**Súlfat**Almennt:

Í lausn sem sýrð hefur verið með saltsýru hvarfast súlfat anjónir við baríumklóríð og mynda baríumsúlfat:



Baríumsúlfat er óleysanlegt í saltsýru og í saltpétursýru.

Framkvæmd:

Baríumklóríð lausn er bætt við 5 ml af óþekktu lausninni sem sýrðir hafa verið með saltsýru. Í viðurvist súlfat anjóna fellur út hvítt baríumsúlfat.

## Úrlausnarblað 3

## Niðurstöður

Eru eftirtaldar jónir í sýninu?

Jón	Já / Nei	Rökstuðningur
$\text{CO}_3^{2-}$		
$\text{Cl}^-$		
$\text{CrO}_4^{2-}$		
$\text{NO}_3^-$		
$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$		
$\text{SO}_4^{2-}$		

## Úrlausnarblað 4

### Spurningar

1. Gefið efnajöfnu hvarfs nítrat anjóna við járn(II)katjónir og myndunar nítrósyl komplexins.
2. Af hverju myndast brúnleita komplexið á fasaskilum lausnarinnar og megnu brennisteinssýrunnar.
3. Gefið efnajöfnu hvarfs permanganat anjóna við oxalat anjónir í súrri lausn.